

最新邻苯二甲酸酯类塑化剂UPLC-MS/MS分析方法

——应用PFCs Isolator kit解决塑化剂背景本底干扰的问题

赵嘉胤，耿霞

沃特世科技(上海)有限公司

背景

塑化剂检测的重要性重所周知,可是目前应用LC或者LC/MS检测塑化剂的用户面临的重大难题和困扰是:卫生部规定的17种非法添加塑化剂中有几种(如DBP, DIBP, DEHP, DNOP, DINP等)本底干扰非常高,由于环境中无处不在的塑化剂和来自于分析系统本身的干扰,有时本底高达上百ppb,导致无法定性和定量样品中塑化剂。

分析方法

实验条件

UPLC/Xevo TQD with PFCs Isolator kit

色谱柱: BEH Phenyl 1.7 μ m 2.1x100mm进样量: 2 μ L

柱温: 50°C

流速: 0.5ml/min

流动相: A :0.1%甲酸水溶液

B :0.1%甲酸乙腈溶液

质谱参数

电离模式: ESI+

电喷雾电压: 3.2kv

脱溶剂气温度: 400°C

离子源温度: 150°C

脱溶剂气流速: 650L/hr

实验结果

在一般分析时我们发现,由于塑化剂的系统背景比较高(如DBP, DIBP, DEHP, DNOP等等),会导致无法进行准确的定性定量工作。而配置了PFCs Isolator kit的UPLC系统,能很好的将系统背景中的干扰塑化剂与样品中的目标塑化剂分析物完全色谱分离,保证定性和定量分析结果的准确性。

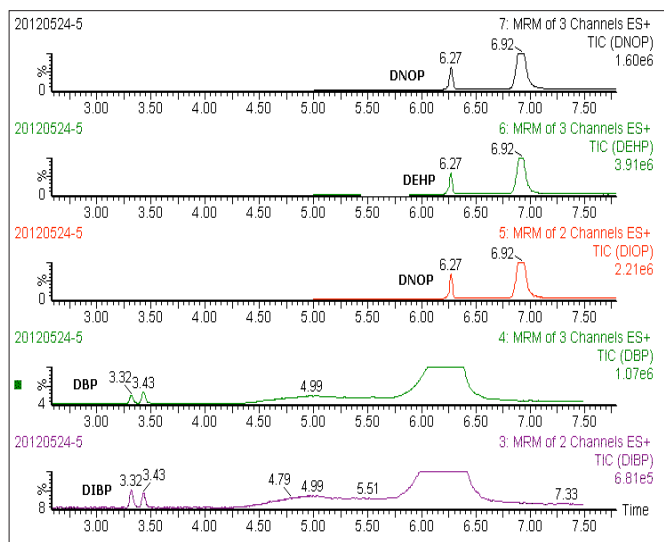


图1. 塑化剂标样分析TIC图。

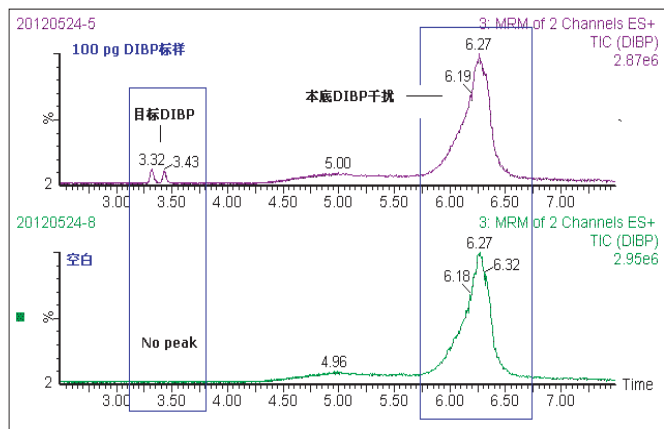


图2. DIBP的TIC图分析。

PICs(子离子确认扫描功能)对本底干扰进行了定性确证

应用Xevo系列质谱的PICs功能和MassLynx中的TargetLynx软件,可以对采集到的实际样品的PICs质谱图和标准品PICs参比质谱图进行比较,通过软件计算的Forward Fit和Reverse Fit数值,量化的进行样品和标准品的匹配度判断,从而实现定性确证。

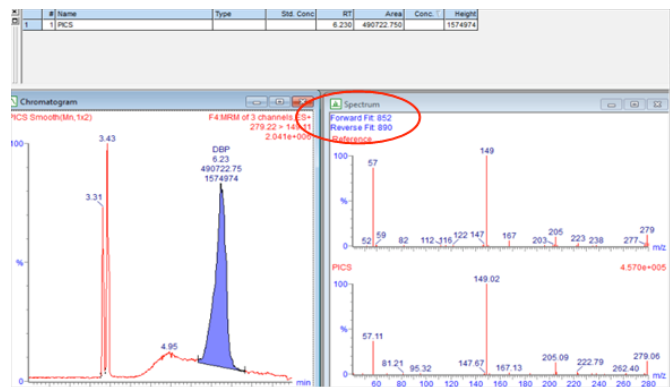


图3. DIBP背景干扰的PICs匹配结果。

以DBP为例,使用PICs定性确证功能非常好的验证了系统本底中的DBP已经完全与样品中的DBP色谱分离。

结论

该方法解决了塑化剂系统本底干扰的问题,使得本底干扰与目标塑化剂分析物完全色谱分离,同时对于DBP和DIBP同分异构体也达到基线分离的效果,保证了其定量的精度及定性的准确。应用Xevo系列质谱特有的PICs功能,在得到MRM定量色谱峰的同时得到子离子确认扫描结果,扩展定性能力。

Waters

THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.™



沃特世科技(上海)有限公司
沃特斯中国有限公司

上海: 021 - 6156 2666
北京: 010 - 5209 3866
广州: 020 - 2829 6555
成都: 028 - 6554 5999
香港: 852 - 2964 1800

©2012 沃特世公司 中国印刷
2012年6月

免费售后服务热线: 800 (400) 820 2676
www.waters.com